

Bibliographic Information

Manufacture of acrylic fibers with improved whiteness. Takemoto, Fumio; Hamada, Kohei; Tabuchi, Taku. (Mitsubishi Rayon Co., Ltd., Japan). Jpn. Kokai Tokkyo Koho (1989), 4 pp. CODEN: JKXXAF JP 01192816 A2 19890802 Heisei. Patent written in Japanese. Application: JP 88-8296 19880120. CAN 112:100614 AN 1990:100614 CAPLUS (Copyright 2003 ACS on SciFinder (R))

Patent Family Information

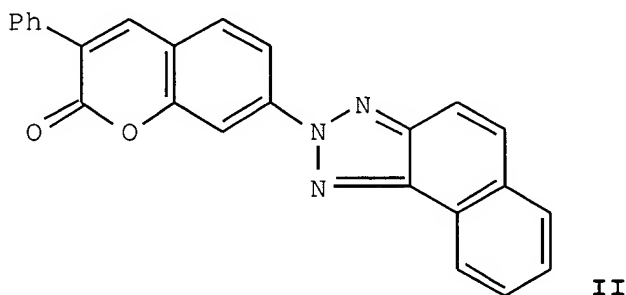
| <u>Patent No.</u> | <u>Kind</u> | <u>Date</u> | <u>Application No.</u> | <u>Date</u> |
|-------------------|-------------|-------------|------------------------|-------------|
| JP 01192816 | A2 | 19890802 | JP 1988-8296 | 19880120 |

Priority Application

| | |
|--------------|----------|
| JP 1988-8296 | 19880120 |
|--------------|----------|

Abstract

The title fibers, useful for garments, interiors, etc., are prepd. by dry spinning of HCONMe₂ or AcNMe₂ solns. contg. acrylonitrile (I) polymers (I content ≥85%) and 0.01-0.1% (based on the polymers) triazolylcoumarin deriv. II. Thus, I-Me acrylate-Na methallylsulfonate (93.5:6:0.5) copolymer (III) in HCONMe₂ was mixed with 0.02% (based on III) II to give a soln., which was dry spun, drawn, washed, dried, and relaxed to give a fiber showing good whiteness, vs. poor without II.



⑫ 公開特許公報(A) 平1-192816

⑤ Int. Cl.⁴D 01 F 6/54
1/06

識別記号

庁内整理番号

A-6791-4L
6791-4L

④ 公開 平成1年(1989)8月2日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 白色度の改良されたアクリル系繊維の製造方法

⑯ 特 願 昭63-8296

⑰ 出 願 昭63(1988)1月20日

⑱ 発 明 者 竹 本 富 美 男 広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨン株式会社内
 ⑱ 発 明 者 浜 田 浩 平 広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨン株式会社内
 ⑱ 発 明 者 田 淵 卓 広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨン株式会社内
 ⑲ 出 願 人 三菱レイヨン株式会社 東京都中央区京橋2丁目3番19号
 ⑳ 代 理 人 弁理士 田村 武敏

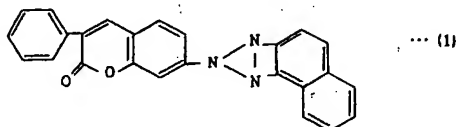
明 細 書

1. 発明の名称

白色度の改良されたアクリル系繊維の製造方法

2. 特許請求の範囲

ジメチルホルムアミド又はジメチルアセトアミドを溶剤とし、アクリロニトリル85.0重量%以上からなるアクリロニトリル系重合体及び下記構造式(Ⅰ)で示されるトリアゾールクマリン誘導体を重合体に対し0.01~0.1重量%含む紡糸原液を乾式紡糸することを特徴とする白色度の改良されたアクリル系繊維の製造方法



3. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は、衣料用途やインテリア用途に適した白色度の改良されたアクリル系繊維の新規な

製造方法に関する。

<従来の技術>

アクリル^ホ繊維は、風合や染色性が優れることから繊維製品、その他成型品の分野に広い用途を有しており、衣料・インテリア分野に幅広く利用されている。

通常アクリル系繊維は、アクリロニトリル(以下ANという)85重量%以上と、これと共重合可能な1種もしくは2種以上のビニル単量体との重合体を溶液紡糸して得られる。

しかしながら、AN系重合体を紡糸して得られる繊維は、溶解工程、繊維の乾燥工程等で熱を受けることによつて黄変しやすく、かかる黄変を防止する最良の方法としては、製造工程における熱履歴をできるだけ低減することであるが、この方法にはおのずと限界がある。就中乾式紡糸で得られるアクリル系繊維は紡糸中に高温ガスに接触させることにより脱溶媒を促進させることから、黄変は避け難いものである。この為、これまでアクリル^ホ繊維の白色度改良を目

的とし、共重合成分に着色安定性を付与せしめる方法（例えば特開昭 49-18938 号公報に示されるような AN 系重合体に有機リン化合物を接触させる方法）、或いは、安定剤を紡糸原液に添加する方法（例えば特開昭 55-14166 号公報に示されるようなヒドロキシ尿素とイオウ化合物を用いる方法）が提案されている。又紡糸原液中に適当な白色度改良剤を添加して商品価値の高い製品を得ようとする方法は用いる白色度改良剤が AN 系重合体に対する良好な親和性或いは相溶性を有することはもとより紡糸溶剤であるジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド等に対して一定の溶解度を有するものであることが必要である。即ち、溶解度があまり小さすぎると、紡糸原液中で沈降し、濾過等で系外に除去され、期待する白色度が得られないことがあり好ましくない。従来アクリル系繊維の白色度向上の為、種々の白色度改良剤が用いられてきたが、いずれも、上記の諸条件に適合しなかつたり、又、充分な白色度改良効果

(3)

本発明において用いる AN 系重合体は AN 85 重量%以上からなるもので、15 重量%以下の範囲で AN と共重合可能なビニル単量体の 1 種又は 2 種以上を含んでいてもよい。AN と共重合可能なビニル単量体としては、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル等の（メタ）アクリル酸エステル類、酢酸ビニル、スチレン、アクリルアミド、アクリル酸及びその塩、メタリルスルホン酸及びその塩等一般にアクリル系繊維の共重合単量体として用いられているものが挙げられるが勿論これらに限定されるものではない。

乾式紡糸に用いられる白色度改良剤はジメチルホルムアミド又はジメチルアセトアミドに対する溶解度が 25℃において 0.01 重量%以上であることが望ましいが、本発明で用いる白色度改良剤トリアゾールクマリン誘導体はジメチルアセトアミド及びジメチルホルムアミドに対し、常温での溶解度が 0.12 重量%及び 0.15 重量%であり前記条件を満足するもので

(5)

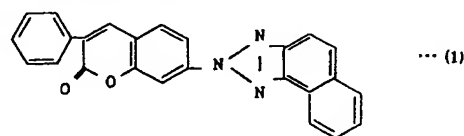
が得られなかつたり、実用的に満足すべきものがなかつた。

＜発明が解決しようとする問題点＞

本発明者らは、これら乾式紡糸におけるアクリル系繊維の白色度を改良するべく鋭意検討した結果、特定のトリアゾールクマリン誘導体がアクリル系繊維の白色度改良剤として有効なことを見出し本発明に到達した。

＜問題点を解決するための手段＞

本発明は、ジメチルホルムアミド又はジメチルアセトアミドを溶剤とし、AN 85 重量%以上からなる AN 系重合体及び下記構造式 (1) で示されるトリアゾールクマリン誘導体を重合体に対し 0.01～0.1 重量%含む紡糸原液を乾式紡糸することを特徴とする白色度の改良された AN 系繊維の製造方法にある。



(4)

ある。

本発明で用いる構造式 (1) で示されるトリアゾールクマリン誘導体の添加量は AN 系重合体に対して 0.01～0.1 重量%である。添加量が 0.01 重量%未満では充分な白色度改良効果が得られず、又 0.1 重量%を越えると白色度が飽和する為、コスト的に不利であるだけでなく、紡糸以後のプロセスでの脱落の増加による製造面での弊害が多くなる。

本発明は、次のように実施されるのが望ましい、即ち構造式 (1) で示されるトリアゾールクマリン誘導体をジメチルホルムアミド又はジメチルアセトアミドに溶解し、これと AN 系重合体をジメチルホルムアミド又はジメチルアセトアミドに溶解した溶液を重合体濃度が 25～35 重量%になるように混合して紡糸原液とする。繊維に賦形する為の乾式紡糸は公知の方法で行なり。

すなわち 100～150℃の紡糸原液をノズルを介して 160～280℃に加熱した空気又

(6)

は不活性ガス中に押出し未延伸糸を形成する。この未延伸糸を通常の延伸、水洗、乾燥、緩和処理を施す。このようにして得られた繊維は構造式(1)で示されるトリアゾールクマリン誘導体を含む繊維に比較してきわめて鮮明に白色度が改良されているのは勿論のこと、従来用いられてきた他の公知のクマリン誘導体を含む繊維に比較して一段と鮮明な白色度に改良されており商品価値の高いものである。

<実施例>

以下、実施例によつて本発明を具体的に説明するが、文中の％はすべて重量％を表わす。又各実施例における白色度の判定はLb値で行つた。使用した機器は東京電色TC-5D型でL値、b値を測定しLb座標よりLb値を算出した。

L；100に近い程白色0に近い程黒色を示す

a；+側で赤-側で緑色の度合いを示す

b；+側で黄、-側で青色の度合いを示す

縦軸にL横軸に+bをとつたLb座標を想定

(7)

リルスルホン酸ソーダー0.5％からなる組成の重合体を濃度30％に常法によりジメチルホルムアミドに溶解する。一方構造式(1)で示されるトリアゾールクマリン誘導体を重合体に対して0.02％ジメチルホルムアミドに溶解し、これを前記重合体溶液に加え均一溶液とする。この溶液を吐出温度130℃において250℃の熱風中に孔径0.15mmφ、孔数500Hの紡糸ノズルを通して未延伸糸を形成し、続いて延伸、水洗、乾燥、緩和処理を施した。比較として構造式(1)で示されるトリアゾールクマリン誘導体のかわりに構造式(2)に示すクマリン誘導体を用いる以外は上記と全く同じ条件(比較例1)で、又、白色度改良剤をまったく添加しない条件(比較例2)でそれぞれ繊維の賦形を行つた。得られた繊維の白色度を第1表に示した。

(9)

して測色色差計により測定したL、bの値を式

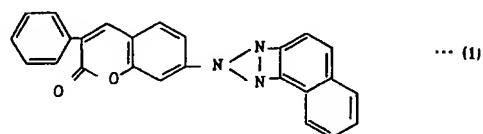
$$Lb = \sqrt{\left(\frac{100-L}{5}\right)^2 + b^2} \text{ に代入して } Lb \text{ 値}$$

を算出する。

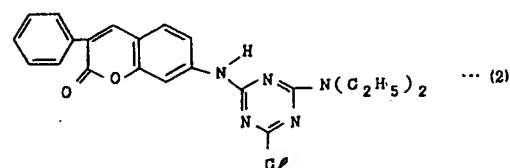
従つてLb値が小さい程白色度は良好である。

実施例で用いる白色度改良剤の構造を以下に示す。

本発明で用いるトリアゾールクマリン誘導体。



従来用いられているクマリン誘導体。



実施例1

AN9 3.5％、アクリル酸メチル6％、メタ

(8)

第1表

| | 白色度(Lb値) |
|------|----------|
| 実施例1 | 2.7 |
| 比較例1 | 5.3 |
| 比較例2 | 6.0 |

本発明品は白色度改良剤を全く添加しないものに比較して極めて鮮明な白色度を示している。さらに従来アクリル系繊維に用いられてきたクマリン誘導体はジメチルホルムアミドを用いる系では十分な白色度を有する繊維が得られなかった。

実施例2

実施例1において構造式(1)で示されるトリアゾールクマリン誘導体の量を0～0.3％の範囲で変更し実施例1と同様にして紡糸した得られた繊維の白色度(Lb値)を第2表に示した。

(10)

第 2 表

| 構造式(II)添加量 (重量%) | 白 色 度 (Lb 値) | 白色度向上効果 (外 観) |
|---------------------|-----------------|------------------|
| 0 | 6.0 | — |
| 0.001 | 5.2 | × |
| 0.005 | 4.3 | △ |
| 0.01 | 3.5 | ○ |
| 0.02 | 2.7 | ○ |
| 0.05 | 2.0 | ○ |
| 0.1 | 1.6 | ○ |
| 0.2 | 1.6 | ○ |
| 0.3 | 1.6 | ○ |

本発明のトリアゾールクマリン誘導体の添加量の増加に伴つて白色度が向上するが、添加量が 0.1% で白色度の向上が飽和に達し、0.1% を越えると延伸洗浄の際一部が脱落し、又 0.01% 未満で白色度の向上は不十分であつた。

< 発明の効果 >

本発明によれば乾式紡糸による白色度の改良

されたアクリル繊維を得ることができ、しかもその白色度改良効果が白色度改良剤として公知のクマリン誘導体よりも少量で著しい効果を奏することができる。

特許出願人 三菱レイヨン株式会社

代 理 人 弁理士 田 村 武 敏